

TP : Diagramme binaire

Nous allons, dans ce TP, tracer le diagramme binaire d'un mélange liquide eau-propanol. Le propanol de formule $\text{CH}_3 - \text{CH}_2 - \text{CH}_2\text{OH}$ est un liquide de densité 0,80 donc de masse volumique $0,80 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$ qui possède une température d'ébullition de $97,2 \text{ }^\circ\text{C}$ sous la pression atmosphérique de 1 bar. Le diagramme de ce mélange binaire possède l'allure donnée à la figure 1. Le montage expérimental est photographié à la figure 5.

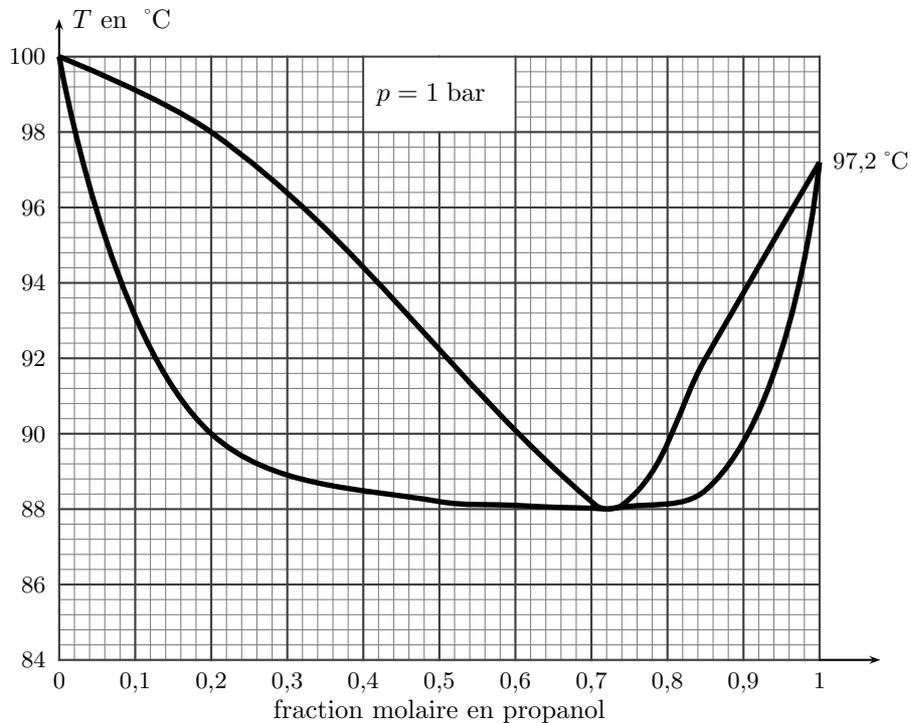


FIG. 1 – Diagramme binaire isobare eau-propanol

A. Principe de l'expérience

Le principe est le suivant : un mélange binaire va être porté à l'ébullition $t_0(^\circ\text{C})$. Lorsque cette ébullition est atteinte, on note la température. De la vapeur s'est formée. Le réfrigérant à eau étant placé très près du ballon, on admettra que la vapeur se liquéfie à $t_0(^\circ\text{C})$. On récupère une petite partie de la vapeur liquéfiée dans un petit béccher. Cela va nous permettre de placer deux points sur le diagramme binaire : sur la droite horizontale $t_0(^\circ\text{C})$, on placera un point de la courbe d'ébullition de fraction massique x_{prop}^L en propanol calculée à partir des volumes mélangés. Pour le point de la courbe de rosée qui correspond à la liquéfaction de la vapeur, sa fraction massique en propanol x_{prop}^V sera déterminée par mesure de l'indice de réfraction grâce au réfractomètre d'Abbe. On peut ainsi construire les courbes de rosée et d'ébullition, voir la figure 2.

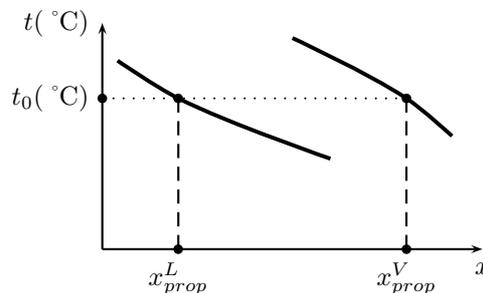


FIG. 2 – Principe de construction du diagramme binaire

B. Réfractomètre d'Abbe

Le réfractomètre d'Abbe permet de mesurer de façon très précise l'indice de réfraction de la vapeur liquéfiée. Il s'utilise en déposant quelques gouttes de liquide - issues directement du béccher où l'on recueille la vapeur liquéfiée - sur la face horizontale en verre de l'appareil. On referme alors la partie mobile. Après avoir réglé l'oculaire à sa vue, en tournant le plus gros bouton, on devrait voir une frontière horizontale entre une zone éclairée et une zone sombre, comme sur la figure 3.

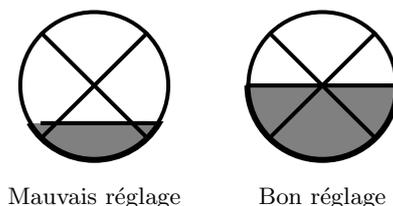


FIG. 3 – Aperçu du disque observé dans le réfractomètre

Un bouton plus petit permet de supprimer les effets chromatiques et d'affiner la frontière. Lorsqu'on aura utilisé le réfractomètre, il faudra aussitôt essayer délicatement, avec un mouchoir fin, la surface de verre où on a déposé le liquide. À partir de la mesure de l'indice, on déterminera x_{prop}^V par lecture sur la courbe d'étalonnage fournie, car la relation entre l'indice et la fraction massique de propanol n'est pas linéaire, comme on peut le constater sur le graphique de la figure 4.

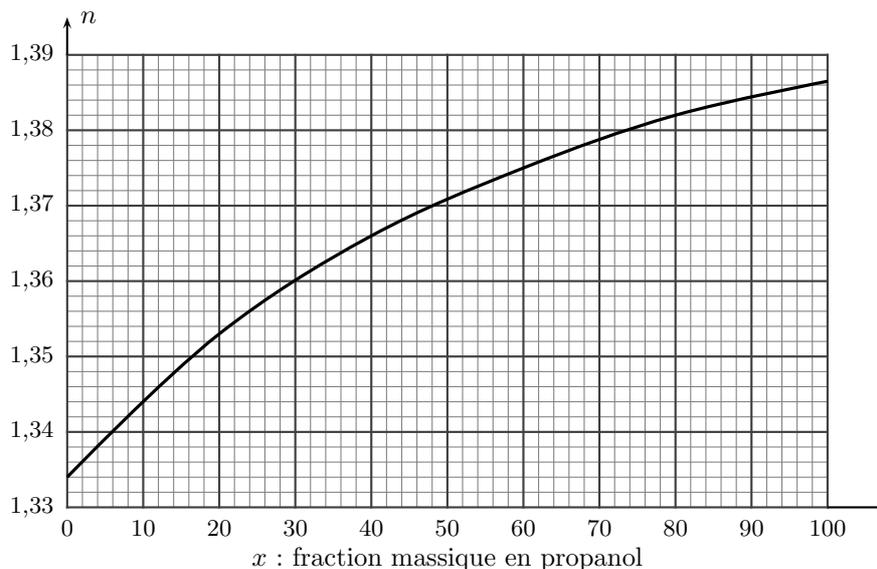


FIG. 4 – Courbe d'étalonnage : évolution de l'indice

C. Expérience

Le montage expérimental est celui de la figure 5.

Nous allons réaliser deux expériences, l'une en commençant par l'eau pure et l'autre en commençant par le propanol pur.

1. Mettre 30 mL d'eau distillée (30 g) dans le ballon avec de la pierre ponce (quelques grains).
2. Ajouter 0,5 mL de propanol mesuré avec une pipette extrêmement fine.
3. Mettre en route l'eau du réfrigérant.
4. Mettre en route le chauffage au voisinage du maximum.
5. Lorsque l'ébullition se produit, observer l'évolution de la température, attendre que le système soit à l'équilibre et que de la vapeur se liquéfie et remplisse le tube d'écoulement muni du robinet, mesurer la température t_0 (°C) grâce au thermomètre.
6. Lorsque le petit tube de verre d'écoulement avant le réfrigérant est plein, enlever le chauffe-ballon (sans baisser son thermostat) et refroidir en mettant le ballon en contact avec un cristalliseur contenant un peu de glace, on observera la baisse de température. Lorsque la température est de l'ordre de 70 °C, on peut arrêter de refroidir.
7. Récupérer la vapeur liquéfiée dans un petit bécber, en verser avec précaution quelques gouttes directement depuis le petit bécber sur la surface en verre du réfractomètre. Mesurer l'indice optique n du mélange binaire prélevé.
8. Dévisser complètement le petit robinet, l'essuyer comme d'ailleurs le petit bécber. Refermer ce robinet.
9. Ajouter un nouveau volume de propanol.
10. Remettre le chauffe-ballon et ainsi de suite...



FIG. 5 – Montage d'étude du diagramme binaire

11. À chaque opération, on doit effectuer deux mesures : t_0 (°C) et n . On ajoutera le propanol selon le tableau :

v_{prop} (mL) ajouté	0,5	0,5	1	2	2	4	10	20
m_{prop} (g) ajoutée	0,4							
m_{totale}	30,4							
x_{prop}^L calculée en %	1,3							
t_0 (°C) mesurée								
n mesuré								
x_{prop}^V mesurée en %								

12. Recommencer l'expérience dans un nouveau ballon propre et sec avec 30 mL de propanol pur (24 g). Les ajouts s'effectueront selon le tableau :

v_{eau} (mL) ajouté	0,5	0,5	1	2	4	4	10
m_{eau} (g) ajoutée	0,5						
m_{totale}	24,5						
x_{prop}^L calculée en %	98,0						
t_0 (°C) mesurée							
n mesuré							
x_{prop}^V mesurée en %							

D. Exploitation des mesures

13. Proposer dans le compte rendu des tableaux complétés sur le modèle de ceux des questions précédentes. Pour les calculs, on ne tiendra pas compte des faibles volumes prélevés pour effectuer les mesures.

14. Réaliser sur un papier millimétré le diagramme binaire en choisissant intelligemment les échelles (la température sera comprise entre 85 °C et 100 °C environ). On fera apparaître les points de la courbe d'ébullition en une couleur et ceux de la courbe de rosée en une autre couleur.

15. À partir du tracé du diagramme binaire, décrire toutes les situations de refroidissement d'une vapeur ou de chauffage d'un liquide (évolution de t (°C)).

16. Décrire avec soin les différentes situations que l'on pourra rencontrer lors d'une distillation d'un mélange binaire eau-propanol.